

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-009267

(43)Date of publication of application : 16.01.2001

(51)Int.Cl.

B01J 13/04
A61J 3/07
// A61K 9/50

(21)Application number : 11-182300

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 28.06.1999

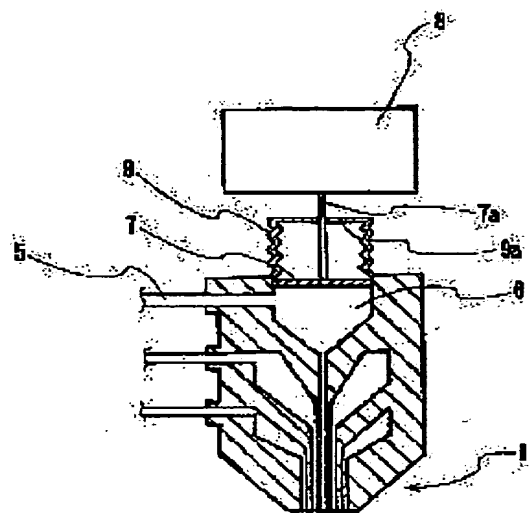
(72)Inventor : SHIGENO CHITOSHI
KUBO HIDEAKI
NOMOTO HIDETOSHI
UENO NORIFUMI

(54) DEVICE FOR PRODUCING CAPSULATED PARTICLE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To efficiently produce capsulated particles each having uniform film thickness by connecting a coaxial multi-nozzle to a raw material supply tube by interposing a cylinder chamber, installing a piston in the chamber to be freely slid and making the diameter of the piston larger than the inside diameter of the raw material supply tube.

SOLUTION: This production device of the capsulated particles, which is suitably used for producing medicines, foods, favorite foods, bath agents, or the like, is provided with the coaxial multi-nozzle 1, the raw material supply tube 5 for supplying a liquid containing particles to be capsulated to the nozzle 1, the chamber 6 interposed between the nozzle 1 and the tube 5 and the piston 7 installed in the chamber 6 to be freely slid. The diameter of the piston 7 is made larger than the inside diameter of the tube 5 in order to impart the vibration to the liquid efficiently. When the capsulated particles are produced, while the vibration is imparted to the liquid supplied from the tube 5 by vibrating the piston 7 in the axial direction, the liquid is discharged from the nozzle 1 under such a condition that the liquid-expelled volume becomes 50-1,000%.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

24.10.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3392780

[Date of registration]

24.01.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-9267

(P2001-9267A)

(43) 公開日 平成13年1月16日 (2001.1.16)

(51) Int.Cl.	識別記号	F I	テ-マコード (参考)
B 0 1 J 13/04		B 0 1 J 13/02	A 4 C 0 7 6
A 6 1 J 3/07		A 6 1 J 3/07	L 4 G 0 0 5
// A 6 1 K 9/50		A 6 1 K 9/50	

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平11-182300

(22) 出願日 平成11年6月28日 (1999.6.28)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 重野 千年

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内

(72) 発明者 久保 英明

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内

(74) 代理人 100095832

弁理士 細田 芳徳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カプセル粒子製造装置

(57) 【要約】

【課題】 皮膜の厚さが均一なカプセル粒子を効率よく製造しうる製造装置及び該製造装置を用いてカプセル粒子を製造する方法を提供すること。

【解決手段】 多重ノズルと原料供給管とがシリンダ室を介して接続され、該シリンダ室内に摺動自在にピストンが装着されてなり、該ピストンの直径が原料供給管の内径よりも大であるカプセル粒子製造装置。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 多重ノズルと原料供給管とがシリンダ室を介して接続され、該シリンダ室内に摺動自在にピストンが装着されてなり、該ピストンの直径が原料供給管の内径よりも大であるカプセル粒子製造装置。

【請求項2】 ピストン軸と伸縮自在な筒状体の一端とが固定され、該筒状体がピストンとの間で密閉系を形成するように該筒状体の他端が多重ノズルに固定されている請求項1記載のカプセル粒子製造装置。

【請求項3】 筒状体が、伸縮自在な蛇腹を有する成形体である請求項1又は2記載のカプセル粒子製造装置。

【請求項4】 多重ノズルと原料供給管とがシリンダ室を介して接続され、該シリンダ室内に摺動自在にピストンが装着されてなり、該ピストンの直径が原料供給管の内径よりも大であるカプセル粒子製造装置を用い、該ピストンを軸方向に振動させることにより、原料供給管から供給された液体に振動を与え、該液体の排除体積が50～1000%となる条件下で、該液体を多重ノズルから吐出させるカプセル粒子の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、カプセル粒子製造装置及びそれを用いたカプセル粒子の製造法に関する。更に詳しくは、医薬品、食品、嗜好品、浴用剤、洗浄剤等の分野に好適に使用しうるカプセル粒子の製造装置及びそれを用いたカプセル粒子の製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】カプセル粒子の製造装置としては、ピストンで液体に振動を与えて多層液滴を製造する装置（特公昭62-1288号公報）や、振動を可撓性材料を介して液体に付与する装置（特開平4-338230号公報）が知られている。

【0003】しかしながら、前者の装置には、ピストンの振動による液体への振動が管路を逆流しやすいためノズルから吐出される液体に、振動を効率よく伝播できないという欠点がある。また、後者の装置には、可撓性材料によって振動が吸収されるため、ノズルから吐出される液体に効率よく振動を付与できない。従って、これらの装置を用いた場合には、ノズルから吐出する液体に効率よく振動が与えられないため、カプセル粒子の生産速度を高めることが困難であり、また、硬化液中で多層液滴を形成させるときには、硬化液の流速を高める必要があるため、得られるカプセル粒子の皮膜の厚さの均一性が損なわれるという欠点がある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、皮膜の厚さが均一なカプセル粒子を効率よく製造しうる製造装置及び該製造装置を用いてカプセル粒子を製造する方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、（1） 多重ノズルと原料供給管とがシリンダ室を介して接続され、該シリンダ室内に摺動自在にピストンが装着されてなり、該ピストンの直径が原料供給管の内径よりも大であるカプセル粒子製造装置、及び（2） 前記カプセル粒子製造装置を用い、ピストンを軸方向に振動させることにより、原料供給管から供給された液体に振動を与え、該液体の排除体積が50～1000%となる条件下で、該液体を多重ノズルから吐出させるカプセル粒子の製造法に関する。

【0006】

【発明の実施の形態】多重ノズルの構造は、目的とする多層液滴の構造に応じて適宜選択することが好ましい。多重ノズルの中では、平行管構造を有する多重ノズルは、好適に使用しうるものである。平行管構造を有する多重ノズルとは、該多重ノズルを構成している各ノズルが、その吐出部においてテーパが1/10以下の直管状部分を有している多重ノズルをいう。この複数の直管状部分を有するノズルが積層された平行管構造を有する多重ノズルを用いた場合には、各ノズルから吐出される隣接する2液の界面張力が低い場合であっても、皮膜の厚さが均一なカプセル粒子を容易に製造することができるという優れた性質が発現される。

【0007】なお、ノズルの直管状部分とは、多重ノズルの吐出部で直管形状を有する部分をいい、具体的には、例えば、図1に示される多重ノズル1が3重ノズル1である場合を例にとると、内ノズル2においてはL₁部分、中ノズル3においてはL₂部分、外ノズル4においてはL₃部分が該当する。

【0008】直管状部分を有するノズルの吐出部におけるテーパは、1/10以下であるが、低界面張力を有する液体を用いた場合であっても、皮膜の厚さが均一なカプセル粒子を容易に製造することができる観点から、1/50以下であることが好ましく、1/100以下であることがより好ましく、テーパが設けられていないことが特に好ましい。

【0009】多重ノズル1を構成している複数のノズルの積層数は、形成されるカプセル粒子の層等に応じて適宜決定すればよい。その一例として、例えば、カプセルの内層が1層である場合には、ノズルは2重であればよく、カプセルの内層が2層である場合には、ノズルは3重であればよい。好適な多重ノズル1は、3重以上の多重ノズルであり、より好ましくは、操作性の観点から3重ノズルである。なお、3重以上の多重ノズルを用いた場合には、従来製造が困難であった内層が2層以上のカプセル粒子も容易に製造することができる。

【0010】多重ノズル1を構成している各ノズル間の間隙が皮膜形成液や内容液等のカプセル液滴の通路となる。各ノズルは、一般に同心円状に積層されていることが好ましい。各ノズルの中心軸は、同一でなくてもよい

が、カプセルを構成している各層の厚さが均一なカプセル粒子を得る観点から、同一であることが好ましい。

【0011】多重ノズル1の各ノズルの内径は、生成させる多層液滴の直径によって異なるが、例えば、気相で多層液滴を生成させる場合には、多層液滴の各層の直径の0.5～1倍程度であることが好ましく、0.3～0.5倍程度であることがより好ましい。また、液相で多層液滴を生成させる場合には、多重ノズル1の各ノズルの内径は、多層液滴の各層の直径の0.5～5倍程度であることが好ましく、0.3～3倍程度であることがより好ましい。

【0012】多重ノズル1として、平行管構造を有する多重ノズルを用いる場合、各ノズルの直管状部分の長さは、そのノズルの内径以上であることが好ましい。かかる構成を有する場合、各ノズルから吐出される隣接する液同士の液-液面の界面張力が、例えば、20mN/m以下である低界面張力を有する液体を用いた場合であっても、カプセル粒子を容易に製造することができるという利点がある。ノズルの直管状部分の長さが、該ノズルの内径以上であるとは、具体的には、例えば、図1に示される3重ノズル1において、内ノズル2を例にとると、内ノズル2の直管状部分の長さ L_1 がその内径 d_1 以上であることを意味する。

【0013】なお、各ノズルの直管状部分の長さは、より均一なカプセル粒子を得る観点から、各ノズルの内径の2倍以上であることが好ましく、3倍以上であることがより好ましく、5倍以上であることが特に好ましい。

【0014】図2の本発明のカプセル粒子製造装置の概略説明図に示されるように、多重ノズル1と、該多重ノズル1にカプセル粒子の液体を供給するための原料供給管5との間には、シリンダ室6が配設されている。原料供給管5は、シリンダ室6と接続されている。シリンダ室6の下方には、多重ノズル1が配設されている。また、シリンダ室6内には、摺動自在にピストン7が装着されている。

【0015】ピストン7の軸方向の断面形状には、特に限定がなく、その例としては、四角形状、凹形状、凸形状等が挙げられる。これらの中では、多重ノズル1から吐出されるカプセル液滴に効率よく振動を付与する観点から、四角形状及び凹形状が好ましい。

【0016】ピストン7の直径は、液体に振動を効率よく付与する観点から、原料供給管5の内径よりも大とされる。なお、多重ノズル1に供給される液体に、より効率よく振動を付与する観点から、ピストン7の直径は、原料供給管5の内径の1.5～5.0倍、好ましくは2～3.0倍、より好ましくは5～2.0倍であることが望ましい。また、ピストンの直径は、通常、3.5mm以上であることが好ましく、多層液滴をより効率よく製造するためには、10mm以上であることがより好ましく、20mm以上であることが更に好ましい。

【0017】ピストン7は、ピストン軸7aと接続されている。ピストン軸7aの軸径は、ピストンの直径と同一であっても異なってもよいが、ピストンの直径よりも小さいことが好ましい。

【0018】ピストン軸7aは、振動機8と接続されている。振動機8を起動させると、ピストン軸7aを介してピストン7に振動が伝播する。ピストン7が受ける振動の方向は、ピストンの軸方向又はその軸方向と直交する方向のいずれであってもよいが、軸方向であることが多重ノズルに導入される液体に効率よく振動を付与する観点から好ましい。

【0019】振動機8による振動は、例えば、カムを動力機で回転させて振動をピストンに与える方法、永久磁石又は励磁コイルによる強磁界内に配置された可動コイルに交流電流を供給して加振力を得る動電式等により、発生させることができる。これらの中では、15Hz以上の高振動数を発生させるのが容易で、かつ大きな振幅が得られやすい動電式が好ましい。多重ノズル1内の液体に与えられる振動数は、液柱線速度及び使用する液体粘度に応じて適宜選択することが好ましい。与えられる振動数は、特に限定がないが、通常、1～500Hzであることが好ましく、皮膜の厚さが均一なカプセル粒子を得る観点から、15～500Hzであることがより好ましく、15～100Hzであることが更に好ましい。

【0020】シリンダ室6の内部形状は、通常、円柱状、多角柱形状等であればよいが、円柱状であることが好ましい。

【0021】シリンダ室6から多重ノズル1に至るまでの流路は、液体に与えられた振動が減衰されないような構造を有するものであればよいが、テーバー管形状を有していることが好ましい。テーバー管形状を有するノズルの角度は、シリンダ室の中心軸に対して、通常、85°以下、好ましくは60°以下、更に好ましくは45°以下、特に好ましくは30°以下であることが望ましい。

【0022】シリンダ室6は、多重ノズル1のいずれのノズルの全部又は一部と接続されていてもよいが、多重ノズル1の最内ノズルのみと接続されていることがカプセル液滴を構成する多層液滴の各層の厚さを均一にする観点から好ましい。

【0023】従って、振動は、多重ノズル1から吐出される液体のいずれに与えられてもよいが、均一な厚さの皮膜を有するカプセルを得る観点から、最内ノズルから吐出される液体に与えられることが好ましい。更に、界面張力が低い液体のカプセル化を容易にする観点から、多重ノズル1から吐出される隣接する2液の界面張力がもっとも低い値となる2液のうち、より内側にある液体に振動が与えられることが好ましい。

【0024】シリンダ室6は、ピストン7を容易に振動させることができる構造を有していればよい。シリンダ

室6が配設される位置は、多重ノズル1から吐出されるカプセル液滴に確実に振動を与える観点から、多重ノズル1の直前部分に設けることが好ましく、ピストン7の中心軸が多重ノズル1の中心軸上で、かつ多重ノズル1の直前部分に設けることがより好ましい。尚、多重ノズル1の直前部分とは、多重ノズル1の先端から30cm以内の範囲内であることを意味する。

【0025】シリンダ室6のピストン7が摺動する面における内径は、ピストン7の直径よりも大きい。効率よく液体に振動を与える観点から、ピストン7の直径よりも0.01~10mm、好ましくは0.01~5mm、より好ましくは0.1~3mm大きいことが望ましい。

【0026】なお、ピストン7のシリンダ室6の内面との摺動部には、液漏れ防止のため、通常、OリングやVパッキン等のシール材が設置されていることが好ましい。

【0027】本発明においては、ピストン軸7aと伸縮自在な筒状体9の一端とが密着固定され、筒状体9がピストン7との間で密閉系を形成するように筒状体9の他端が多重ノズル1に密着固定されていることが好ましい。このように筒状体9を配設した場合には、小さい駆動力でピストン7に大きな振幅を付与することができるという利点がある。

【0028】筒状体9の好適な例としては、伸縮自在なシート状の円筒や伸縮自在な蛇腹を有する成形体等が挙げられる。なかでも成形ベローズ及び溶接ベローズが好ましく、特に溶接ベローズは、バネ定数が比較的小さく、伸縮性及び気密性に優れるのみならず、耐圧性にも優れているので、好適に使用しうるものである。溶接ベローズの代表例としては、マジックベローズ（ニッシンコーポレーション（株）製、商品名）等が挙げられる。

【0029】筒状体9のバネ定数は、高振動数で効率よくカプセル化を行なうことができる観点から、10kg/mm以下、好ましくは5kg/mm以下、より好ましくは1kg/mm以下、特に好ましくは0.5kg/mm以下であることが望ましい。

【0030】伸縮自在なシート状の円筒や伸縮自在な蛇腹を有する成形体を与える成形材料としては、伸縮性を付与する材料であればよく、特に限定がない。その具体例としては、ダイヤフラム、シリコン、バイトン、ポリエチレン、ポリプロピレン、塩化ビニル樹脂、各種ゴム、金属薄板等の可撓性材料が挙げられる。また、伸縮自在なシート状の円筒や伸縮自在な蛇腹の肉厚は、これらに伸縮性を付与しうるものであればよく、特に限定がない。

【0031】筒状体9のピストン軸7aとの接続面9aは、小さい駆動力でピストン7に大きな振幅を十分に付与する観点から、可撓性が小さいことが好ましい。例えば、筒状体9に可撓性材料を使用し、接続面9aをこれ

と同一の材料で構成させる場合、接続面9aの肉厚を大きくし、その可撓性が小さくなるようにすることができる。

【0032】原料供給管5の他端は、ポンプ（図示せず）又はタンク（図示せず）と接続される。原料供給管5の他端をポンプに接続した場合には、該ポンプは、更に管路を介してタンクに接続される。

【0033】原料供給管5として、ナイロンチューブ、ポリウレタンチューブ、フッ素樹脂チューブ、ステンレス鋼製パイプ、塩化ビニル樹脂チューブ等を使用することができる。これらの中では、原料供給管5内を導通する液体の圧力によって伸縮しがたいフッ素樹脂チューブ及びステンレス鋼製パイプが好ましく、ステンレス鋼製パイプが特に好ましい。原料供給管5の通常使用限度圧力は、通常、2kg/cm²以上であることが好ましいが、吐出される液体に効率よく振動を付与する観点から、5kg/cm²以上であることがより好ましく、10kg/cm²以上であることが更に好ましく、50kg/cm²以上であることが特に好ましい。

【0034】原料供給管5の内径は、通常、2~50mm程度であることが好ましく、2~20mm程度であることがより好ましく、2~10mm程度であることが更に好ましい。

【0035】原料供給管5は、通常、ピストン7の振動方向と同軸方向及び交差方向のいずれの方向でシリンダ室6と接続されていてもよいが、ピストン7の振動が多重ノズル1から吐出される液体に確実に伝わるようにするために、振動に対して交差方向に設けることが好ましく、直交方向に設けることが更に好ましい。

【0036】シリンダ室6に接続される原料供給管5の位置は、特に限定がないが、多重ノズル1から吐出される液体に振動が確実に伝わるようにするために、ピストン7の最大変位位置よりも多重ノズル1寄りの位置で、シリンダ室6の側面であることが好ましい。

【0037】タンク又はポンプから多重ノズル1までの管路長は、通常、20m以下であることが好ましいが、振動をシリンダ室6からタンク又はポンプに逆流させないようにする観点から、10m以下であることがより好ましく、5m以下であることが更に好ましく、3m以下であることが特に好ましい。

【0038】タンクとしては、ジャケット付きタンク、ジャケット付き攪拌翼付きタンク、密閉式加圧タンク等が挙げられる。これらの中では、液体を圧送する場合には、密閉式ジャケット付き攪拌翼付き加圧タンクが好ましく、ポンプで送液する場合には、ジャケット付き攪拌翼付きタンクが好ましい。

【0039】ポンプとしては、ギアポンプ、プランジャーポンプ、エアードポンプ、渦巻きポンプ等が挙げられるが、一定流量を正確に送液しうる観点から、ギアポンプが好ましい。

【0040】原料である液体を多重ノズル1に送液する方法としては、該液体をタンク内に注入し、該タンクを加圧して原料供給管内に圧送し、バルブで流量調整し、多重ノズル1に送液する方法、該液体をポンプで原料供給管内に圧送し、多重ノズル1に送液する方法等が挙げられる。これらの方法の中では、長時間正確に液体を一定流量で送液することができるという観点から、後者の方法が好ましい。

【0041】多重ノズル1の各ノズルから吐出される液体は、1～100℃の温度範囲内で液体であればよい。

【0042】多重ノズル1から吐出されるカプセル液滴は、皮膜形成液及び内容液で構成される。これら皮膜形成液及び内容液の種類は、カプセルの構造によって適宜選択され、多重ノズル1から吐出される隣接する液同士は、水と油のように実質的に混ざらないか、あるいは混ざり合い難いものが選ばれる。内容液には、均一溶液である油性成分、水溶性成分、界面活性剤成分、不均一系の中油分散体、油中水分分散体、懸濁溶液等が用いられる。液体の代表例としては、特開平6-55060号公報5欄9行～9欄25行に記載されている物質や、4欄7行～5欄8行に記載されている皮膜形成液等が挙げられ、これらは、用途に応じて適宜選択して用いることができる。皮膜形成液は、冷却によりゾルからゲルに変化するゼラチン、寒天、ジェランガムを含む水溶液ゾルであることが好ましい。

【0043】なお、皮膜形成液は、必ずしも最外ノズルから吐出される必要性がなく、例えば、多重ノズル1として4重ノズルを用いる場合、該4重ノズルの外側から2番目のノズルから皮膜形成液を吐出させ、最外ノズル*

$$d/a = 1.74 (\sigma / (a^2 g \Delta \rho))^{0.33} \quad (I)$$

【式中、aはキャピラリー径(m)、dは液滴の大きさ(m)、gは重力加速度(9.8kgm/s²)、σは界面張力(mN/m)、Δρは密度差(kg/m³)を示す)に基づいて求めることができる。

【0048】多層液滴は、皮膜形成液の層の内部に1以上の層が存在するようにするために、2層以上の多層液滴であればよいが、3層の液滴であることが好ましい。また、多層液滴の最外層は、皮膜形成液であることが好ましい。

【0049】生成した多層液滴のうち皮膜形成液の層が固化することにより、カプセル粒子が形成される。皮膜形成液の層を固化する手段としては、冷却固化、ゲル化、重合等の方法が挙げられるが、なかでも冷却固化及びゲル化が好ましい。

【0050】多層液滴の直径は、通常、0.05～20mmであることが好ましい。本発明の製造装置を用いれば、平均粒径が0.05～10mm、好ましくは0.05～5mmの多層液滴を生産効率よく製造することができる。

【0051】多重ノズル1の吐出口は、気相中及び液相

*から硬化液を流出させることにより、内層が2層のカプセルを製造することができる。

【0044】多層ノズルから液体を吐出する際の各液体の温度は、特に限定がないが、通常、0～100℃程度であることが好ましい。

【0045】多重ノズル1から吐出される各液体の粘度は、特に限定がないが、B型粘度計で測定した場合、吐出時の各液体の温度において、通常、0.1～1000mPa・s、好ましくは1～800mPa・sであることが望ましい。

【0046】本発明においては、多重ノズルとして、図1に示されるような平行管構造を有する多重ノズル1を用いた場合には、各ノズルから吐出され、隣接する2液の界面張力が20mN/m以下であっても、容易にカプセル粒子を構成している皮膜の厚さが均一なカプセル粒子を製造することができる。なお、隣接する2液の界面張力は、20mN/m以下であることが好ましく、1～15mN/mであることがより好ましく、5～10mN/mであることが特に好ましい。

【0047】なお、界面張力は、管の端面が管の長手方向に対して直角であり、該管の端面に口径a(mm)の孔を有する1mm単位を目盛りつきビベットを用い、該ビベット内に相対的に比重が大きい液体を入れたのち、該ビベットの端部を比重が小さい液体中に挿入した後、ビベット内の液体を液滴生成間隔が1秒間以上となるようにコックで調整し、一定量の液体が流出するまでの液滴数を数え、流出液体の体積を液滴数で除して、1液滴の大きさを求め、かかる液滴が球状であると仮定して相当直径dを算出したのち、式(I)：

中のいずれに配置されていてもよいが、多層液滴を構成している各層の厚さを均一にする観点から、液相中に配置されていることが好ましい。この場合、液相は、多層液滴の最外層を溶解しない液で構成されていることが好ましい。また、この液相の液が多重ノズル1の吐出口の箇所で下降流であること、好ましくは上昇流から下降流に変化した点の近傍の下降流であることが望ましい。

【0052】多層液滴の最外層を溶解しない液は、最外層が油性成分である場合には、水、グリセリンポリエチレングリコール及びグリセリンから選ばれた1種以上の液であることが好ましく、また最外層が親水性成分である場合には、流動パラフィン、トリグリセライド及びジグリセライドから選ばれた1種以上、好ましくは流動パラフィン及び／又はトリグリセライドであることが望ましい。

【0053】多層液滴の最外層を溶解しない液の下降流の流速は、通常、多重ノズル1から吐出される最外層の液体の流速の0.8～2倍であることが好ましく、形成される多層液滴の皮膜の厚さを均一にする観点から、0.8～1.5倍がより好ましく、0.8～1.2倍が

更に好ましく、0.9～1.1倍が特に好ましい。

【0054】前記液体を多重ノズル1から吐出させる際には、該液体の振動による排除体積が50%以上となるように調整される。

【0055】振動による液体の排除体積は、多層液滴の各層の厚さの均一性及び高振動数でのカプセル化を容易にする観点から、振動を与えている液体の単位振動あたり、その流量の50～1000%、好ましくは100～*

$$q \times 1000 \geq V \geq q \times 50 (\%)$$

となる。

【0058】尚、排除体積が式(II)を満足するのなら、加振手段としてピストン以外のものを用いることができる。

【0059】排除体積を大きくさせる方法としては、振幅を大きくする方法、ピストンの直径を大きくする方法等を採用することができる。

【0060】尚、排除体積は、式：

$$V = A \times H$$

【式中、Aはピストンの軸垂直方向における断面積(cm^2)、Hは両振幅(cm)を示す]によって求めることができる。

【0061】尚、両振幅は、片振幅の2倍であり、片振幅は、通常、振動機の実効値である。

【0062】多層液滴の直径(D)は、式：

$$D = (6 \varepsilon Q / \pi f)^{1/3}$$

【式中、 εQ は多重ノズルから吐出される多層液滴成分の全流量(cm^3/s)、fは振動数(Hz)を示す]で表され、流量(Q)と振動数(f)によって容易に制御することができる。

【0063】また、振動数(f)は、式：

$$St = 2 \pi f a / u$$

【式中、Stは無次元ストローハル(strouhal)数、aは振動を与えた液体が吐出されるノズルの内径(cm)、uは振動が与えられた液体のノズルの吐出口での流速(cm/s)を示す]で表される関係式を満足することから、通常、Stが0.05～5、好ましくは0.1～4の範囲内にあるようにノズルの内径(a)を決定することが、得られるカプセル粒子を構成する皮膜の厚さを均一にする観点から好ましい。

【0064】

【実施例】実施例1及び比較例1

図1に示される平行管構造を有する多重ノズルを使用した。図1に示された多重ノズルの各寸法は、 L_1 が14.5mm、 L_2 が15mm、 L_3 が14mm、 d_1 が2.3mm、 d_2 が3.1mm、 d_3 が3.5mmであった。

【0065】また、カプセル粒子製造装置として、図2に示されるような構造を有するものを使用した。なお、ピストンの直径は28mm、原料供給管の内径は6mmであった。筒状体として、マジックベローズ(ニッシン

*500%、更に好ましくは200～400%とされる。

【0056】単位振動あたりの流量(q)は、式：

$$q = Q / f$$

【式中、Qは振動が与えられた液体がシリンダ室に供給される供給量(cm^3/s)、fは振動数(Hz)を示す]に基づいて求めることができる。

【0057】従って、必要とされる排除体積(V)は、式(II)：

$$(II)$$

10 コーポレーション(株)製、商品名)を使用した。

【0066】硬化液としてトリ(カプリル酸カプリン酸)グリセリン(以下、MCT-1という)を使用し、この硬化液を形成槽内に注入した。この硬化液中に多重ノズルの先端を浸漬し、多重ノズルの先端が形成管の上端よりも上にあり、その間の距離が形成管の内径の10%となるように調整した。

【0067】次に、多重ノズルの最外ノズルから70℃の皮膜液を流量11.2mL/minで、中間ノズルから25℃の油性成分を流量20.0mL/minで、最内ノズルからエマルジョンを流量28.7mL/minで周波数32Hzの振動を与え、同時に5℃の硬化液中に吐出させ、カプセル粒子を得た。なお、最内ノズルにおける排除体積は、実施例1では100%、比較例1では40%となるように調整した。

【0068】次に、得られたカプセル粒子を常温でカプセルの含水率が10%以下となるように乾燥させ、平均粒子径3mmのカプセル粒子を得た。

【0069】なお、皮膜液、エマルジョン及び油性成分として、以下のものを使用した。

30 (A) 皮膜液

ゼラチンAP-100(新田ゼラチン(株)製、商品名)40重量部、グリセリン4重量部及びイオン交換水56重量部を70℃で攪拌溶解させ、脱気後皮膜液とした。

【0070】(B) エマルジョン

25重量部のMCT-1及びポリオキシエチレンソルビトールテトラオレート(エチレンオキサイド付加モル数：40)15重量部を混合し、それに水60重量部を添加し、攪拌してエマルジョンを得た。

40 【0071】(C) 油性成分

シトラス・フルーツ系香料30重量部及び70重量部のMCT-1を常温で攪拌配合し、油性成分とした。粘度はB型粘度計で20mPa・s(温度25℃)であった。比重は0.946であった。また、水に対する界面張力は12.0mN/mであった。エマルジョンに対する界面張力は7mN/mであった。

【0072】界面張力は、内径1mmのキャピラリーを用いて、前記式(1)により求めた。なお、皮膜液に対する界面張力は、水とほぼ等しくなるように調整した。

50 【0073】次に、得られたカプセル粒子の物性とし

て、皮膜厚さの均一性を以下の方法に従って調べた。

【0074】〔皮膜厚さの均一性〕カプセルを乾燥させた後、その中央部を切断し、その切り口における皮膜の厚さを顕微鏡(×200倍)で観察し、そのカプセルの最大皮膜厚さと最小皮膜厚さを測定した。測定された最大皮膜厚さと最小皮膜厚さの平均値を平均皮膜厚さとした。なお、得られたカプセル5個について観察を行なった。

【0075】皮膜厚さの均一性は、式：

(皮膜厚さの均一性) = (最小皮膜厚さの平均値 ÷ 平均皮膜厚さの平均値) × 100 (%)

に従って求めた。なお、皮膜厚さの均一性は、100%に近いものほど皮膜の厚さが均一であることを示し、70%以上が好ましく、95%以上がより好ましい。

【0076】その結果、実施例1で得られたカプセル粒子の皮膜厚さの均一性は、95%であり、比較例1で得られたカプセル粒子の皮膜厚さの均一性は、40%であ

った。

【0077】これらの結果から、実施例1によれば、皮膜厚さの均一性に優れたカプセル粒子を効率よく得ることができることがわかる。

【0078】

〔発明の効果〕本発明によれば、皮膜の厚さが均一なカプセル粒子を効率よく製造することができる。

〔図面の簡単な説明〕

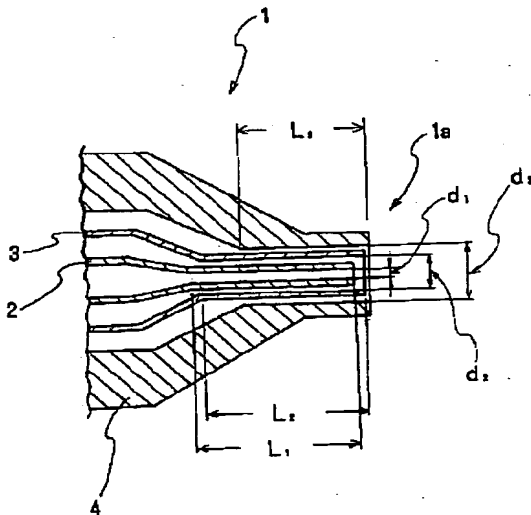
【図1】図1は、本発明の製造方法に用いられる多重ノズルの一実施態様を示す概略断面図である。

【図2】図2は、本発明のカプセル粒子製造装置の一実施態様を示す概略説明図である。

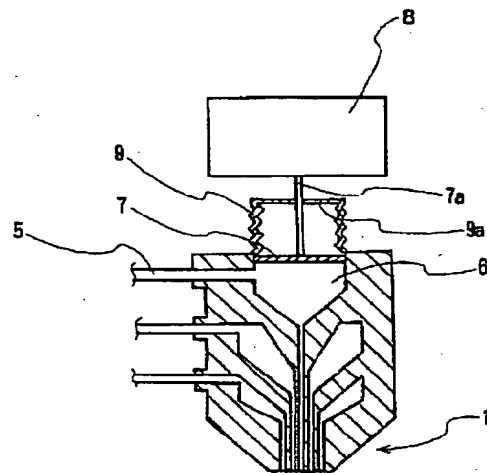
【符号の説明】

- 1 多重ノズル
- 5 原料供給管
- 6 シリンダ室
- 7 ピストン

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 野元 秀利
和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内
(72)発明者 上野 訓史
和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内

Ｆターム(参考) 4C076 AA61 DD09 DD38 DD46 EE42
EE53 GG31
4G005 AA10 AB14 AB17 BA11 BB03
BB12 BB30 CA05 DB06Z
DB30X DC32W CA01 CA03
EA07